

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



[8] (11) KUULUTUSJULKAIKU
UTLÄGGNINGSSKRIFT

74215

(45) Patentti myönnetty
Patent meddelat 11 Cl 1988

(51) Kv.Ik.⁴/Int.Cl.⁴ B 01 F 3/12

S U O M I - F I N L A N D

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patentihakemus – Patentansökning	791379
(22) Hakemispäivä – Ansökningsdag	27.04.79
(23) Alkupäivä – Giltighetsdag	27.04.79
(41) Tullut julkiseksi – Blivit offentlig	29.10.79
(44) Nähtäväksipanoni ja kuul.julkaisun pvm. – Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	30.09.87
(86) Kv. hakemus – Int. ansökan	
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus – Begärd prioritet	28.04.78
Iso-Britannia-Storbritannien(GB) 16931/78 Toteennäytetty-Styrkt	

(71) Albright & Wilson Limited, Albright & Wilson House, Hagley Road West, Oldbury, Warley, West Midlands, Iso-Britannia-Storbritannien(GB)

(72) David Stainsby Golightly, Whitehaven, Cumbria, John Patrick Dennis Minogue, Cleator Moor, Cumbria, Iso-Britannia-Storbritannien(GB)

(74) Oy Kolster Ab

(54) Menetelmä talkin dispergoimiseksi –
Förfarande för dispergering av talk

Keksinnön kohteena on menetelmä talkin dispergoimiseksi käytettäväksi paperin päälyystämiseen. Tällaisia dispersioita valmistettaessa on kohtuullisen lyhyessä ajassa, n. 1 – 2 tunnissa, tavoitteena dispergoida talkkia niin paljon kuin mahdollista stabiliin, pumpattavaan dispersioon. Mitä pienempi talkin osaskoko on, sitä vaikeampaa on päästää tähän tavoitteeseen.

Eräällä tunnetulla dispergointimenetelmällä, joka pystyy muodostamaan talkista 68,5 %:isen dispersion, laskettuna kokonaisdispersiosta, kun pääosa talkin osasista on kooltaan suurempia kuin 5,5 μm (sopiva paperin täyteaineeksi, on seuraava koostumus:

	<u>Dispersiolla, %</u>	<u>Talkissa, %</u>
Dispergoivana aineena:		
Maleiinihapon anhydridin ja di-isobutyleenin sekä polymeerin dinatriumsuola	0,68	1
Paksuntimena:		
Karboksimetyyliselluloosa	0,685	1
pH:n säätöön:		
1-m NaOH-liuos	0,78	1,13

Paperin päälystämiseen tarvitaan kuitenkin talkki, jossa pääosaa osasista on kooltaan alle 2,5 μm . Tunnetuilla dispergoivilla aineilla pystytään dispergoimaan korkeintaan noin 60 paino-% tallaisista osasista.

Tämän keksinnön mukaisesti on mahdollista saada päälystetäisen talkin tyydyttävä dispersio, jos dispergointiyhdistelmään sisällytetään seuraavat oleelliset aineosat: i) dispergoimisaine ja ii) kostutusaine, jolloin dispersion pH on 7 - 11.

Keksinnön mukaiselle menetelmälle on tunnusomaista, että talkki dispergoidaan vesipohjaiseen liuokseen, joka sisältää 0,1 - 2 %, talkin painosta laskettuna, polyakryylihappodispergointiainetta, jonka painonmukainen keskimääräinen molekyylipaino on pienempi kuin 100 000, ja ei-ionista tai anionista kostutusainetta, joka on oksityloitu ja/tai oksipropiloitu rasva-alkoholi, oksityloitu ja/tai oksipropiloitu rasvahappo, oksityloitu ja/tai oksipropiloitu alkylifenoli, oksityloitu ja/tai oksipropiloitu rasva-amiini, alkyylieetterisulfaatti, olefinisulfonaatti, alkyylibentseenisulfonaatti, alkyylifenolieetterisulfaatti, alkyylisulfaatti, amiineetterisulfaatti tai dialkyylisulfosukkinaatti, jolloin kostutusainetta on läsnä 0,1 - 2,5 %, talkin painosta laskettuna, ja mahdollisesti tehokkaan määrään vaahdonestoainetta, jolloin liuoksen pH on 7 - 11.

Dispergoiva aine on polyakryylihappodispergointiaine, jonka painon mukainen keskimääräinen molekyylipaino on edullisesti pienempi kuin 100 000 ja lukumäärän mukainen keskimääräinen molekyylipaino suurempi kuin 1 000, esim. 1 000 - 10 000.

Kostutusaineessa on edullisesti 1 tai 2 alkyyliryhmää, joissa on 8 - 10 hiiliatomia. Tyypillinen esimerkki on dioktyylisulfosukkinaatti, jossa on joko suora- tai haaraketjuisia alkyyliryhmiä.

Yhdistelmä voi valinnaisesti sisältää epäorgaanisia dispergoivia aineita, kuten natrium- tai kaliumpolyfosfaatteja, -siliikaatteja tai -heksametafosfaatteja.

On toivottavaa välttää tai vähentää vaahtoamista; ja tämän keksinnön mukaisten edullisten suoritusmuotojen mukaan tähän päästään jollakin kolmesta tavasta:

- 1) valitsemalla kostutusaine (esim. dialkyylisulfosukkinaatti), jolla on suhteellisen vähäinen vaahtoamistaipumus,
- 2) lisäämällä vaahdonestoainetta, kuten rasva- alkoholia tai silikonivaahdonestoainetta,

3) käyttämällä sekoitustekniikkaa, jossa ei esiinny kovin suurta nesteen ja kaasun välistä rajapintaa.

Esillä olevan eksinnön erään suoritusmuodon mukaisesti valmistetaan pysyvä pumpattava dispersio veteen, jolloin ainakin 60 paino-% dispersiosta on talkkia, jossa pääosa osasista on kooltaan alle 2,5 μm , ja dispersio sisältää 0,1 - 2 %, laskettuna talkin painosta, polyakryylihappodispersointiainetta, jonka lukumäärän mukainen keskimääräinen molekyylipaino on suurempi kuin 1 000 ja painon mukainen keskimääräinen molekyylipaino pienempi kuin 100 000, sekä 0,1 - 2,5 %, talkin painosta laskettuna, ei-ionista tai anionista kostutusainetta, ja dispersion pH on 7 - 11.

Edullisesti dispersio sisältää vähintään 65 paino-% talkkia, esim. 65 - 75 %. Dispersointiaineen edullinen pitoisuus on 0,3 - 1 %, talkin painosta laskettuna.

Kostutusaineen pitoisuus on 0,5 - 2 %, talkin painosta laskettuna.

Edullinen pH on välillä 8 - 10,5.

Keksinnön mukaisessa menetelmässä käytettävä dispersointiaineyhdistelmä voidaan valmistaa vesipitoiseksi väkevöitteeksi, joka sisältää 20 - 80 % dispersointiainetta ja kostutusainetta yhteenä. Tämän väkevöitteen käyttäjä voi lisätä emästä pH:n säätämiseksi ja sitten vettä haluttuun laimennukseen, ennen sekoittamista talkin kanssa.

Keksintöä valaistaan seuraavin esimerkein.

Esimerkki 1

Dispergoitavalla talkilla, joka tunnetaan nimellä Lohjatalc PV10, oli seuraava kokoerittely:

99,9 % alle 20 μm ,
 99 % alle 10 μm ,
 85 % alle 5 μm ,
 60 % alle 2 μm ja
 35 % alle 1 μm .

Dispersiolla oli seuraava koostumus:

Lohjatalc PV 10 65 % (kuivapaino),

Empicryl APD (di-isobutyleeni-maleiinihappoanhydridi-sekapolymeerin natriumsuola, 25 %:n kuiva-aine pitoisuus) 0,49 % (0,75 % talkista laskettuna),

Empilan KA10/60 (C_{10-12} -rasva-alkoholin ja 10 moolia etoksylaattia seos, 80 %, vettä 20 %) 0,81 % (1,25 % talkista laskettuna),

molaarinen natriumhydroksidiliuos 0,73 % (1,13 % talkista laskettuna), ja

vettä, loput 100 %:iin.

Dispersio valmistettiin liuottamalla valmisteen kaikki vesiliukoiset komponentit tarvittavaan loppumäärään vettä ja sitten lisäämällä talkki liuokseen pikasekoittimen avulla 45 - 50 minuutin aikana.

Dispersion viskositeetti mitattiin Brookfield Viscometer-laitteella ja ympäristön lämpötilassa välittömästi käsittelyn jälkeen ja 3 päivän varastoinnin jälkeen. Liete pyrki paksunemaan ja laskeutumaan seistessään, mutta voitiin helposti palauttaa ennalleen lievästi sekoittaen.

Tulos

<u>Aika</u>	<u>Viskositeetti</u>
0 päivää	480 mPa.s (cP)
3 päivää	160 mPa.s (cP)

Esimerkki 2

Valmistettiin dispersio esimerkin 1 mukaisesti. Dispersion koostumus oli seuraava:

Lohjatalc PV10 65 % (kuivapaino),

Dispex N40 (natriumpolyakrylaatti, kuiva-aineepitoisuus 40 %) 0,325 % (0,5 % talkista laskettuna),

Empimin OT (60 % aktiivista dioktyylisulfosukkinaattia) 0,975 % (1,5 % talkista laskettuna),

1-m natriumhydroksidiliusta 0,73 % (1,13 % talkista laskettuna), ja

vettä, loput 100 %:iin.

Viskositeetti mitattiin kuten esimerkissä 1 seuraavin tuloksin:

Tulos

<u>Aika</u>	<u>Viskositeetti</u>
0 päivää	1 200 mPa.s (cP)
3 päivää	800 mPa.s (cP)

Esimerkki 3

Valmistettiin dispersio esimerkin 1 mukaisesti. Dispersiolala oli seuraava koostumus:

Lohjatalc PV10 65 % (kuivapaino),

Dispex N40 0,2 % (0,3 % talkista laskettuna),

Empimin KSN70 (natrium-C₁₂₋₁₈-alkyyli, 3 moolia eetterisulfaattia) 1,17 % (1,8 % talkista laskettuna),

1-m natriumhydroksidiliuosta 0,73 % (1,13 % talkista laskettuna), ja

vettä, loput 100 %:iin.

Viskositeetti mitattiin kuten esimerkissä 1 seuraavin tuloksin:

Tulos

<u>Aika</u>	<u>Viskositeetti</u>
0 päivää	2 300 mPa.s (cP)
3 päivää	800 mPa.s (cP)

Esimerkki 4

Valmistettiin dispersio esimerkin 1 mukaisesti paitsi, että Lohjatalc PV10:n asemesta käytettiin talkkia, joka tunnetaan nimellä Finntalc C10, jolla oli seuraava koostumus:

99 % alle 12 µm,

75 % alle 4 µm,

50 % alle 2,3 µm ja

25 % alle 1,2 µm.

Natriumpolyfosfaattia käytettiin deflokkulointiaineena.

Dispersiolla oli seuraava koostumus:

Finntalc C10 65 % (kuivapaino),

Empicryl APD 0,49 % (0,75 % talkista laskettuna),

Empilan KA10/80 0,81 % (1,25 % talkista laskettuna),

natriumpolyfosfaattia 0,065 % (0,1 % talkista laskettuna),

1-m natriumhydroksidiliuosta 0,73 % (1,13 % talkista laskettuna), ja

vettä, loput 100 %:iin.

Tulos

<u>Aika</u>	<u>Viskositeetti</u>
0 päivää	960 mPa.s (cP)
3 päivää	280 mPa.s (cP)

Esimerkki 5

Valmistettiin dispersio kuten esimerkissä 2 paitsi, että Empicryl APD korvattiin samalla painomäärällä Dispex N40:ä.

Tulos

<u>Aika</u>	<u>Viskositeetti</u>
0 päivää	300 mPa.s (cP)
3 päivää	5 500 mPa.s (cP)

Esimerkki 6

Valmistettiin dispersio esimerkin 1 mukaisesti. Dispersiossa käytetty talkki oli Finntalc C10.

Natriumsilikaattia, jota myydään kauppanimellä Pyramid Grade No. 84 (Grosfields), käytettiin valinnaisena aineosana.

Dispersiolla oli seuraava koostumus:

Finntalc C10 65 % (kuivapaino),

Empicryl APD 0,49 % (0,75 % talkista laskettuna),

Empilan KA10/80 0,81 % (1,25 % talkista laskettuna),

natriumsilikaattia 0,33 % (0,5 % talkista laskettuna),

1-m natriumhydroksidiliuosta 0,73 % (1,13 % talkista laskettuna), ja

vettä, loput 100 %:iin.

Tulos

<u>Aika</u>	<u>Viskositeetti</u>
0 päivää	440 mPa.s (cP)
3 päivää	400 mPa.s (cP)

Esimerkki 7

Seuraavat vertailukokeet tehtiin käyttäen tämän hakemukseen sivulla 1 esitettyä dispergoimissysteemiä. Ts. 65 % kuiva-ainetta sisältävälle talkki-dispersiolle:

polyelektrolyytti-dispergointiainetta 0,65 % (1 % talkista laskettuna),

karboksimetyyliselluloosaa 0,65 % (1 % talkista laskettuna), ja

1-m natriumhydroksidiliuosta 0,73 % (1,13 % talkista laskettuna).

Tätä dispergoimissysteemiä käytettiin yritettäessä valmistaa 65 %:isia talkkidispersioita sekä Finntalc C10:sta että Lohjatalc PV10:stä käyttäen Empicryl APD:tä polyelektrolyytti-dispergointiaineena.

Kummassakaan kokeessa ei ollut mahdollista dispergoida kaikkea talkkia.

Esimerkki 8

Esimerkin 7 koe toistettiin käyttäen Lohjatalc PV10:tä ja Dispex N40:tä polyelektrolyytti-dispergointiaineena.

Ei ollut mahdollista dispergoida kaikkea talkkia.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä talkin dispergoimiseksi käytettäväksi paperin päälystämiseen, tunnettu siitä, että talkki dispergoidaan vesipohjaiseen liuokseen, joka sisältää 0,1 - 2 %, talkin painosta laskettuna, polyakryylidispergointiainetta, jonka painonmukainen keskimääräinen molekyylipaino on pienempi kuin 100 000, ja ei-ionista tai anionista kostutusainetta, joka on oksityloitu ja/tai oksipropyleitoitu rasva-alkoholi, oksityloitu ja/tai oksipropyleitoitu rasvahappo, oksityloitu ja/tai oksipropyleitoitu rasva-amini, alkyylieetterisulfaatti, olefinisulfonaatti, alkyylibentseenisulfonaatti, alkyylifenolieetterisulfaatti, alkyylisulfaatti, amiineetterisulfaatti tai dialkyylisulfosukkinaatti, jolloin kostutusainetta on läsnä 0,1 - 2,5 %, talkin painosta laskettuna, ja mahdollisesti tehokkaan määärän vaahdonestoainetta, jolloin liuoksen pH on 7 - 11.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että käytetään dispergointiainetta, jonka lukumäärän mukainen keskimääräinen molekyylipaino on suurempi kuin 1 000 ja edullisesti pienempi kuin 10 000.

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että käytetään kostutusainetta, jossa on 1 tai 2 alkyyliryhmää, jotka sisältävät 8 - 10 hiiliatomia, esim. dioktyylisulfosukkinaattia.

4. Jonkin edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että käytetään vaahdonestoainetta, joka on rasva-alkoholi tai silikoni.

5. Jonkin edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että pääosa talkkihiukkasista on pienempiä kuin 2,5 μm .

6. Jonkin edellä esitetyn patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että talkkia dispergoidaan vähintään 60 paino-%.

Patentkrav

1. Förfarande för dispergering av talk för användning vid beläggning av papper, kännetecknat därav, att talken dispergeras i en vattenbaserad lösning innehållande 0,1 - 2 %, räknat på talkens vikt, av ett polyakrylsyradispergeringsmedel med en viktmedelmolekylvikt av mindre än 100 000 och ett nonjoniskt eller anjoniskt vätmedel som är en oxietylerad och/eller oxipropylerad fettalkohol, oxietylerad och/eller oxipropylerad fettsyra, oxietylerad och/eller oxipropylerad alkylfenol, oxietylerad och/eller oxipropylerad fettamin, alkyletersulfat, olefinsulfonat, alkylbensulfonat, alkylfenoletersulfat, alkylsulfat, aminetersulfat eller dialkylsulfosuccinat, varvid vätmedlet är närvarande i en mängd av 0,1 - 2,5 %, räknat på talkens vikt, och eventuellt en effektiv mängd av ett anti-skummningsmedel, varvid lösningen har ett pH av 7 - 11.

2. Förfarande enligt patentkravet 1, kännetecknat därav, att man använder ett dispergeringsmedel som har en talmedelmolekylvikt som är större än 1 000 och företrädesvis mindre än 10 000.

3. Förfarande enligt patentkravet 1 eller 2, kännetecknat därav, att man använder ett vätmedel som har 1 eller 2 alkylgrupper med 8 - 10 kolatomer, t.ex. dioktylsulfosuccinat.

4. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, kännetecknat därav, att man använder ett anti-skummningsmedel, som är en fettalkohol eller en silikon.

5. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, kännetecknat därav, att talken har en huvuddel av oartiklar som är mindre än 2,5 um.

6. Förfarande enligt något av de föregående patentkraven, kännetecknat därav, att talken dispergeras i en mängd av minst 60 vikt-%.

Viitejulkaisuja-Anfördta publikationer

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: Suomi-Finland(FI) 56 872 (D 21 H 1/22).